

食品中辛弗林之檢驗方法

Method of Test for Synephrine in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於膠囊與錠狀食品中辛弗林(synephrine)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：Pursuit 5 PFP，5 μm ，內徑4.6 mm $\times$ 15 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.1.4. 離心機(Centrifuge)：可達5000 $\times g$ 以上，控制溫度可達10 $^{\circ}\text{C}$ 以下者。
 - 2.2. 試藥及試劑：甲醇採用液相層析級；醋酸銨採用試藥級；去離子水(比電阻於25 $^{\circ}\text{C}$ 可達18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；*p*-辛弗林(*p*-synephrine)及*m*-辛弗林(*m*-synephrine)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL、50 mL及100 mL，褐色。
 - 2.3.2. 離心瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.3. 濾膜：孔徑0.22 μm ，PVDF材質。
 - 2.4. 10%甲醇溶液調製：

取甲醇10 mL，加去離子水使成100 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：
 - 2.5.1. 移動相溶液A：

稱取醋酸銨0.77 g，以去離子水溶解使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
 - 2.5.2. 移動相溶液B：

稱取醋酸銨0.77 g，以甲醇溶解使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液B。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

取*p*-synephrine及*m*-synephrine對照用標準品各約25 mg，精確稱定，分別以10%甲醇溶液溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷藏避光儲存^(註)。臨用時，取適量各標準原液混合，以去離子水稀釋至1~50 µg/mL，供作標準溶液。

註：儲存期限為1週。

2.7. 檢液之調製：

將檢體研磨混勻後，取約1 g，精確稱定，加入去離子水20 mL，超音波振盪30分鐘，於10°C以5000 ×g離心5分鐘，收集上清液。殘渣加入去離子水20 mL，重複上述步驟萃取1次，合併上清液，以去離子水定容至50 mL，經濾膜過濾，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10 µL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析。就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中辛弗林之含量(mg/100 g)：

$$\text{檢體中辛弗林之含量(mg/100 g)} = \frac{\Sigma C \times V}{M \times 10}$$

C：由標準曲線求得檢液中*p*-辛弗林或*m*-辛弗林之濃度(µg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件^(註)：

光二極體陣列檢出器：定量波長220 nm。

層析管：Pursuit PFP，5 µm，內徑4.6 mm × 15 cm。

層析管溫度：35°C。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A (%)	B (%)
0 → 10	90 → 80	10 → 20
10 → 10.1	80 → 10	20 → 90
10.1 → 15	10 → 10	90 → 90
15 → 15.1	10 → 90	90 → 10
15.1 → 20	90 → 90	10 → 10

流速：0.5 mL/min。

注入量：10 µL。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

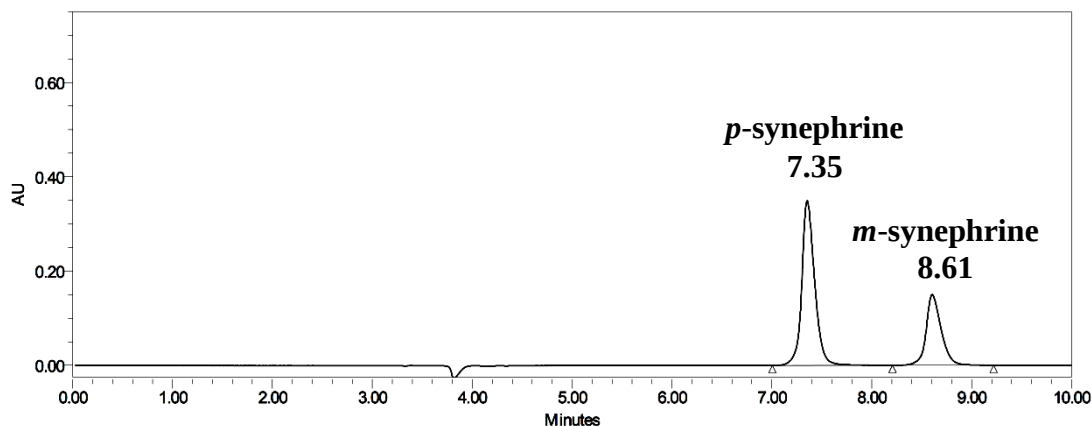
附註：1. 本檢驗方法之定量極限，*p*-辛弗林及*m*-辛弗林均為5 mg/100 g。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Santana, J., Sharpless, K. E. and Nelson, B. C. 2008. Determination of *para*-synephrine and *meta*-synephrine positional isomers in bitter orange-containing dietary supplements by LC/UV and LC/MS/MS. Food Chem. 109: 675-682.

參考層析圖譜：



圖、*p*-辛弗林及*m*-辛弗林標準品之HPLC圖譜